

**А.В. БАШТА**, канд. техн. наук, доц., НУХТ, г. Киев

## **ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТВЕРДОСТИ И ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ КОНСТРУКЦИЙ КЕРАМИКИ МЕТОДОМ ИНДЕНТИРОВАНИЯ**

Приведено результати випробувань на твердість і тріщиностійкість поверхні зразків оксидної і безкисневої кераміки при індентуванні пірамідою Віккерса. По результатах досліджень, для характеристик пошкодження поверхні крихких матеріалів, пропонується використовувати криву пошкоджуваності, що показує як змінюється величина відношення  $H_v / K_{Ic}$  від довжини тріщини індентування.

The results of hardness and fracture strength tests by means of indentation with Vickers's pyramid of oxide and oxygen-free sample surface of ceramics are given. Out from the results of test it's suggested to apply the damageability curve for damageability characteristics of brittle materials. Damageability curve shows how changes the value of relation  $H_v / K_{Ic}$  per length of indentation crack.

**Постановка проблемы исследования.** Анализ последних достижений и публикаций позволяет отметить особое внимание к вопросам, связанным с определением физико-механических свойств керамических материалов как у нас в стране, так и за рубежом. Однако отсутствие единой методологии оценки этих характеристик, широкий диапазон нагрузок, при которых проводятся испытания, довольно большой набор полуэмпирических зависимостей для определения их значений, а также не всегда полный и точный учет особенностей механизмов деформирования и разрушения приводит к тому, что даже для одного и того же материала расхождения в данных могут достигать 60 % и более [1, 2, 3, 4].

**Цель работы.** Комплексное исследование механического поведения конструкционной керамики при индентировании пирамидой Виккерса и определение особенностей изменения значений ее твердости и трещиностойкости в зависимости от действующей нагрузки.

**Методика исследования.** Для работы были отобраны (табл. 1) два материала на основе спеченного нитрида кремния с размером зерна (4 – 10) мкм, полученные по различным технологиям, один горячепрессованный карбид кремния с размером зерен до 20 мкм и три – на основе диоксида циркония с различным процентным содержанием стабилизирующих добавок оксида иттрия и магния. При этом размер зерен керамики, частично стабилизиро-

ванной оксидом иттрия  $Y_2O_3$ , составлял 3...5 мкм, а оксидом магния  $MgO$  – соответственно 20...25 мкм.

Таблица 1

Физико-механические характеристики исследуемых материалов

№ п/п	Наименование материала	Идекс мат-ла	Плот- ность, г/см <sup>3</sup>	Стат. мод.упр ГПа	Дин. мод.упр ГПа	Предел прочн. МПа	Предел деформ. ×10 <sup>-4</sup> м/м	Мера хрупк.
1	(Si3N4)	НК-1	3,27	325	314	658	20,2	1,0
2	(Si3N4)	НК-2	3,29	296	284	531	17,9	1,0
3	(SiC)	КК-1	3,24	319	313	357	11,2	1,0
4	(ZrO <sub>2</sub> +3%Y <sub>2</sub> O)	ДЦИ-1	6,02	201	222	310	15,4	1,0
5	(ZrO <sub>2</sub> +2,5%Y <sub>2</sub> O)	ДЦИ-2	5,79	202	217	272	13,4	1,0
6	(ZrO <sub>2</sub> +6%MgO)	ДЦМ-1	4,80	141	153	174	15,7	0,71

Данные исследования проводили на испытательной машине 1958УИ-10 с использованием модернизированного блока для испытаний керамики на изгиб, снабженного алмазным индентором Виккерса

Вычисление коэффициента интенсивности напряжений (1) проводили по полуэмпирической зависимости Ниихары, как наиболее соответствующей для такого рода материалов [5]:

$$K_{1c} = 0,203a^2 \cdot H_v \cdot c^{-3/2} \quad (1)$$

Твердость при индентировании пирамидой Виккерса поверхности исследуемого материала определяли по известной (2) зависимости :

$$H_v = 463,6 \cdot F \cdot a^{-2}, \quad (2)$$

где  $a$  – полудиагональ отпечатка индентора,  $H_v$  – твердость материала,  $c$  – длина радиальной трещины,  $F$  – нагрузка на индентор.

**Результаты испытаний и их обсуждение.** Определение твердости и трещиностойкости поверхности материалов представлены в виде зависимостей их значений от длины диагонали отпечатка или длины трещин, формирующихся в его углах.

На рис.1 показаны зависимости изменения твердости поверхности исследуемых материалов от длины диагонали отпечатка.

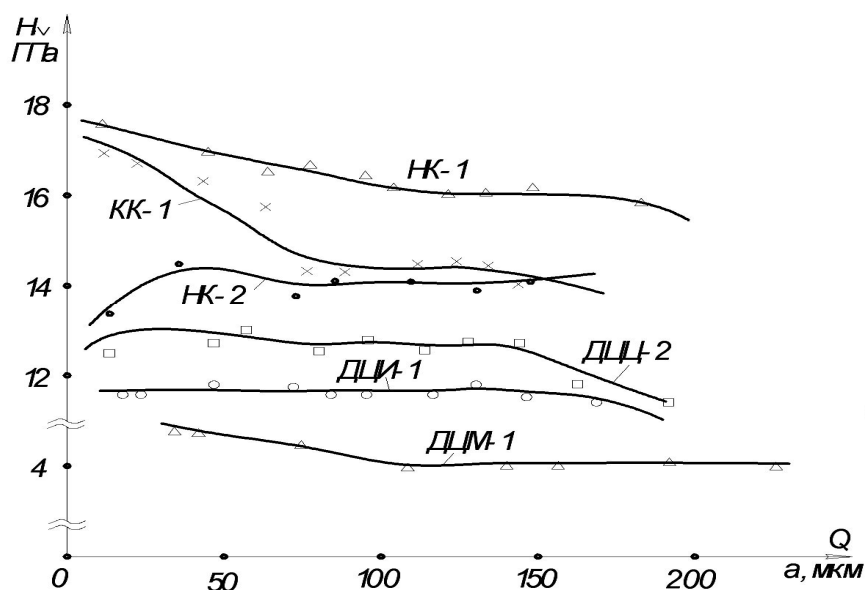


Рис. 1. Зависимость значений твердости от длины диагонали отпечатка индентора

Величина твердости керамики на участке стабилизации поведения кривой изменяется от 4 до 16 ГПа, при этом на ее начальном участке, который соответствует этапу перехода от нагрузок микротвердости ( $P \leq 10H$ ) к твердости ( $P > 10H$ ), это различие и того больше.

Следует также отметить, что на участке микротвердости поведение большинства материалов заметно отличается друг от друга.

Так для материалов ДЦИ-2 и НК-2 происходит увеличение значений  $H_v$  и наоборот для ДЦМ-1, НК-1 и КК-1 заметное их уменьшение, в то же время для ДЦИ-1 величина твердости остается практически неизменной. Такие же по характеру поведения участки кривых наблюдаются и на диаграммах, отражающих трещиностойкость исследуемых материалов (рис. 2).

Как и в случае с твердостью поверхности материалов, наглядно прослеживается область (от нуля приблизительно, до 100 мкм), в которой значения  $K_{1c}$  претерпевают наибольшие изменения, чаще всего это носит ярко выраженный ниспадающий характер.

После чего наступает замедление скорости падения значений  $K_{1c}$  с последующей, как отмечалось выше, их стабилизацией.

При дальнейшем увеличении нагрузки индентирования, как показывают экспериментальные исследования, снова наблюдается падение значений  $K_{1c}$ .

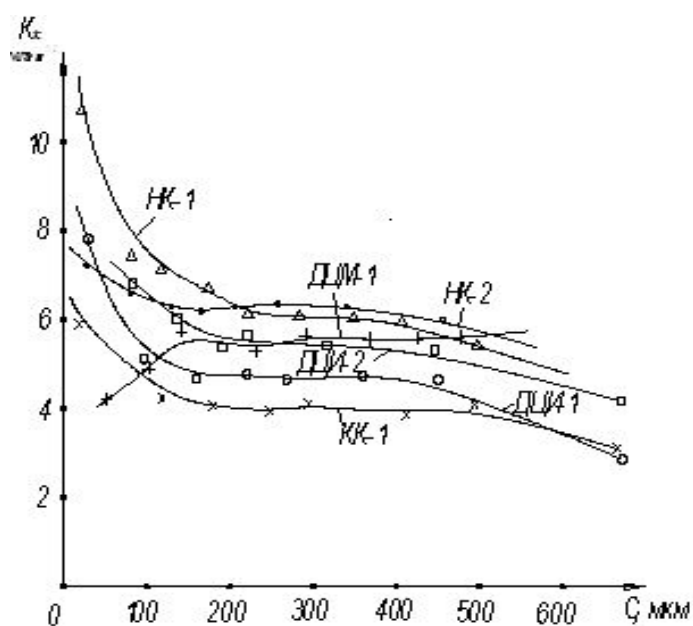


Рис. 2. Зависимость значений  $K_{IC}$  от длины радиальной трещины индентирования

Известно, что эти характеристики взаимосвязаны и, как уже отмечалось, их отношение определяет способность материала противостоять механическим повреждениям его поверхности. Поэтому кривую, характеризующую изменение отношения  $H_v / K_{1c}$  от длины трещины целесообразно назвать «диаграммой повреждаемости поверхности керамики». В дальнейшем для краткости – «диаграммой повреждаемости». На рис. 3 приведены кривые повреждаемости, показывающие зависимость отношения  $H_v / K_{1c}$  от величины дефекта (в нашем случае трещина индентирования) в материале.

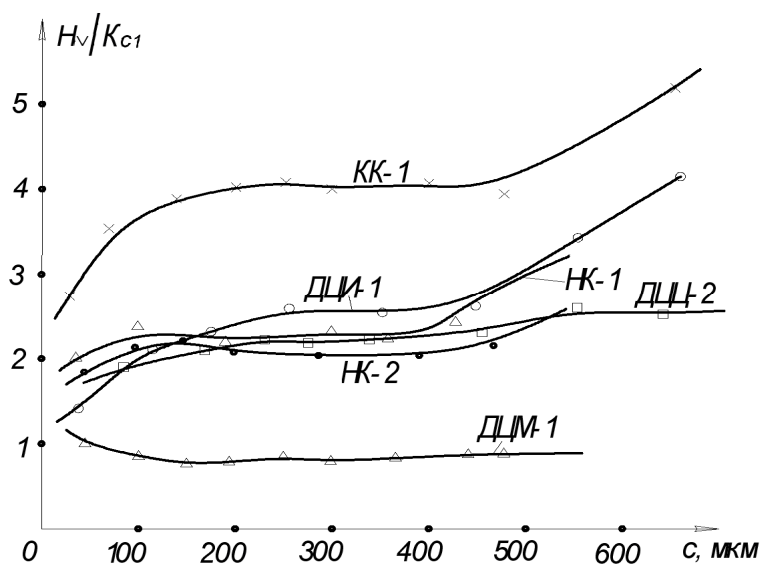


Рис. 3. Изменение кривых характеризующих повреждаемость поверхности керамических материалов при индентировании

Обращает на себя внимание участок диаграммы контролируемого увеличения или медленного «подрастания» длины трещины, где, вероятно, уравниваются действия механизмов деформирования и разрушения при идентификации способностью материала противостоять их развитию.

Для всех исследуемых керамических материалов определены такие участки на диаграммах повреждаемости.

Они практически параллельны по отношению к оси абсцисс. Продолжительность этих участков кривых различна и составляет (80 – 250) мкм. Вызывает интерес определение значений величины твердости и коэффициента интенсивности напряжений на участке неизменяемости их отношения на диаграмме повреждаемости поверхности материала (табл. 2).

Таблица 2

Усредненные данные экспериментальных исследований

Наименование материала	Нагрузка Р, Н	Длина полу-диагонали отпечатка А, мкм	Длина трещины, мкм $\ell^*$	Твердость Н, ГПа	$K_{1c}$ МПа/м <sup>1/2</sup>	$\frac{H_v \cdot 10^3}{K_{1c} \text{м}^{1/2}}$
НК-1	400	11,2	226,1	15,3	6,1	2,51
НК-2	400	116,8	215,0	13,6	6,2	2,19
КК-1	200	80,8	220,8	14,2	3,6	3,95
ДЦИ-1	300	111,4	237,8	11,3	4,1	2,76
ДЦИ-2	300	104,6	208,6	12,7	5,1	2,49
ДЦМ-1	400	216,3	144,6	4,0	5,5	0,71

$\ell^*$  – длина трещины от угла отпечатка (основания) до ее вершины

Учитывая постоянство этих характеристик на достаточно продолжительном участке медленного подрастания длины трещины, вероятно, следует предположить, что полученные значения твердости и трещиностойкости наиболее близко соответствуют истинным величинам исследуемых материалов.

Анализируя особенности поведения кривых повреждаемости (резкие возрастания, убывания на отдельных участках, схематически показанных на рис. 4).

Можем предположить, что это, вызвано различным характером процессов, происходящих в такого рода материалах.

Вероятно, здесь первый участок характеризует процессы, происходящие в отдельных частицах (или зернах).

Излом диаграммы при переходе от 1-го участка ко 2-му, по видимому,

соответствует завершению процесса формирования магистральных (транскристаллитных) трещин в материале.

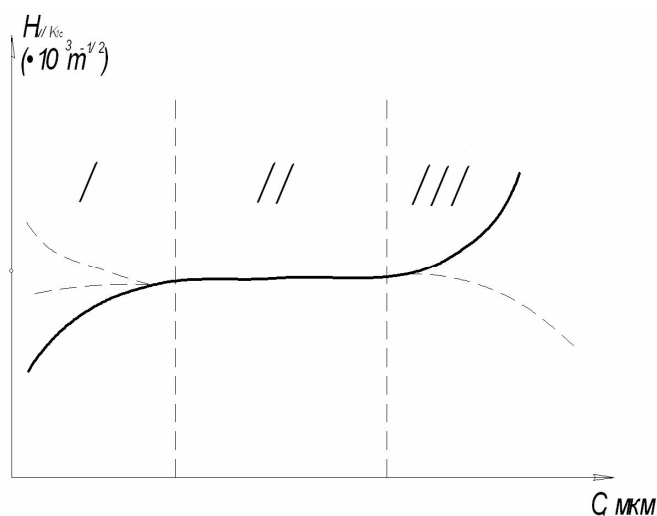


Рис.4 Схематическая диаграмма повреждаемости керамики при индентировании

Второй же излом, на рассматриваемой диаграмме повреждаемости, указывает на переход контролируемого, пропорционального нагружению, развития процессов деформирования и разрушения при индентировании к их лавинообразному нарастанию, т.е. фактически к потере материалом способности противостоять действию механизмов разрушения в зоне отпечатка.

Таким образом, переход к третьему участку диаграммы является наиболее опасным с точки зрения конструкционной прочности этих материалов, так как при достижении определенной величины размера дефекта (трещины) или действующей нагрузки процесс разрушения в них становится уже необратимым. Поэтому говоря о твердости и трещиностойкости конструкционной керамики необходимо представлять о какой области значений этих характеристик идет речь, то ли это рассматриваются процессы деформирования и разрушения на внутризеренном уровне, то ли речь идет об этих характеристиках материала как такового.

Поскольку разность в значениях исследуемых параметров, а также в особенностях деформирования и разрушения для этих материалов может быть достаточно существенной.

Следует также остановиться на особенностях процессов деформирования и разрушения, происходящих при индентировании изучавшейся керамики.

На рис. 5 приведены некоторые характерные виды деформирования и разрушения оксидной (5 а, б, в, г) и нитридкремниевой (5 д, е) керамики.

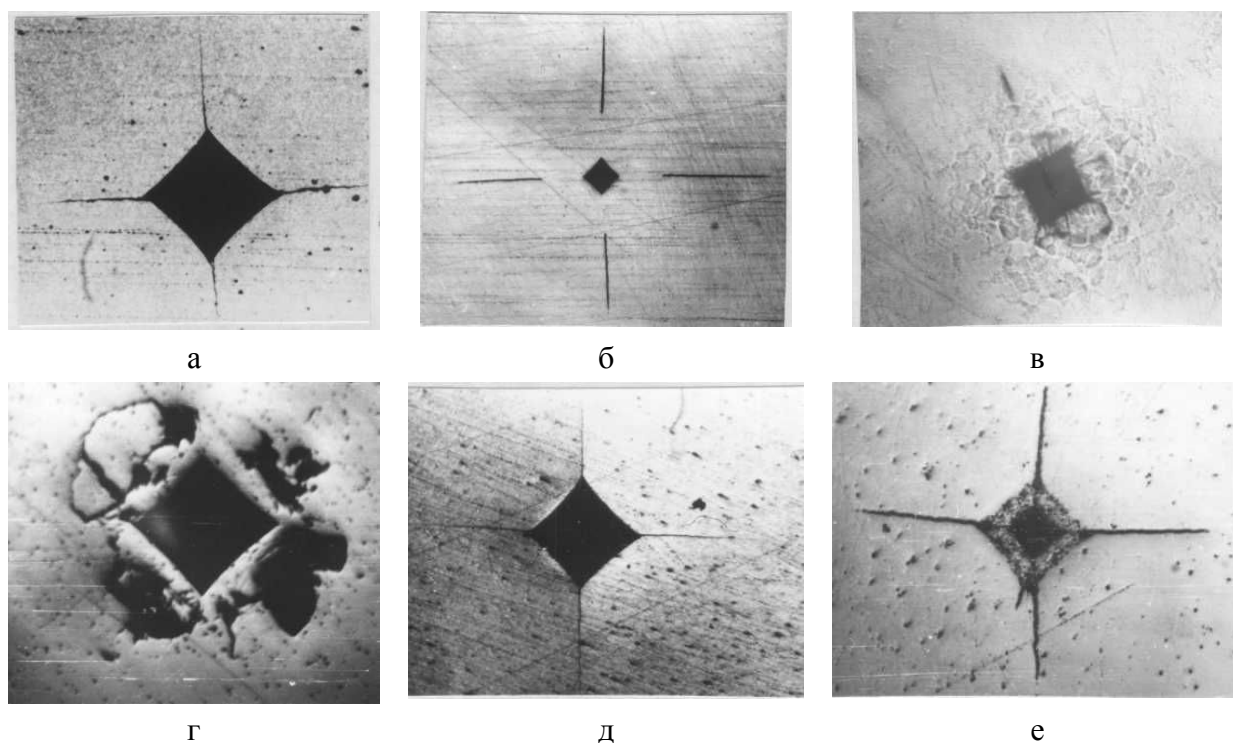


Рис. 5. Характерные виды отпечатков индентора и трещин в керамике:  
 а, в, д – сразу после индентирования; б, г, е – после повторного полирования;  
 а, б – частичностабилизированный окисью иттрия диоксид циркония;  
 в, г – частичностабилизированный окисью магния диоксид циркония;  
 д, е – нитрид кремния

В значительной мере отличительные особенности реакции материала на внедрение индентора становятся заметны после повторного полирования его поверхности. И если для диоксидциркониевой керамики, стабилизированной оксидом иттрия, при нагрузках до 600 Н, видимых изменений под индентором в материале не наблюдается (рис. 5 б). То для нитридикремниевой керамики НК-2, содержащей мелкодисперсную стеклофазу, под индентором образуется достаточно глубинная (в десятки раз превышающая глубину самого отпечатка) зона микроразрушений (рис. 5 е).

Характерны особенности и для диоксидциркониевой керамики стабилизированной оксидом магния. Под действием нагрузок в зоне отпечатка происходят процессы межфазовых превращений с образованием субмакроскопических зерен (рис. 5 в, г). Это способствует более равномерному распределению внутренних напряжений на границах отпечатка индентора.

Такое их перераспределение приводит, в свою очередь, к образованию трещин не только и, не столько в углах отпечатка, сколько по границам субзерен. Оказывая, тем самым, заметное влияние на механизмы деформирова-

ния и разрушения, а в конечном счете на определение значений твердости и трещиностойкости.

### **Выводы:**

1. Исходя из особенностей деформирования и разрушения исследуемых материалов удалось при индентировании получить результаты достаточно близкие, (3 – 5) % для диоксидциркониевой (ДЦИ-1) и (8 – 10) % для нитрид-кремниевой керамики, к данным альтернативных методов, в частности, метода «выращивания» острой трещины в балочке при чистом изгибе [6].

2. Учитывая полученные экспериментальные данные можем, вероятно, предполагать, что определенные на втором участке диаграммы повреждаемости, величины твердости и трещиностойкости поверхности керамики находятся наиболее близко к истинным их значениям для данных материалов.

3. Предлагаемая методика и получаемые в ходе исследования данные твердости и трещиностойкости керамики могут использоваться как оценочные характеристики этих материалов при проектировочных расчетах.

**Список литературы:** 1. *Игнатович С.Р.* Оценка повреждаемости слоя материалов при циклическом нагружении методами наноиндентирования и наносклерометрии / [С.Р. Игнатович, И.М. Закиев, Д.И. Борисов и др.] // Проблем. прочности. – 2006. – № 4. – С. 132 – 139. 2. *Гогоци Г.А.* Прямое определение сопротивления керамики разрушению по методу краевого скалывания / [Г.А. Гогоци, В.И. Галенко, Г.И. Озерский и др.] // Завод. лаб. – 2006. – № 3. – С. 49 – 53. 3. *Fantazzi G.* Effect of Nonstoichiometry of Fracture Toughness and Hardness of Yttrium Glide Ceramics / *G. Fantazzi, G. Orange, K. Liang* // J. Amer. Ceram. Soc. – 1989. – Vol. 72, № 8. – P. 1560 – 1563. 4. *Fischer H.* Fracture toughness of dental ceramics comparison of bending and indentation method / *H. Fischer, R. Marx* // Dental Mater. – 2002. – № 1 – P. 112 – 119. 5. Сборник трудов 21-й Конференции по результатам фундаментальных исследований в области керамики. – 1983. – С. 59 – 66. 6. *Гогоци Г.А.* Трещиностойкость керамики на основе диоксида циркония / *Г.А. Гогоци, В.П. Завада, А.И. Фесенко.* – М., 1989. – 89 с. – Деп. в ВИНТИ 25.04.89 г. – № 2690.

*Поступила в редколлегию 20.08.10*